

NON-DESTRUCTIVE INSPECTION METHOD FOR CERAMICS BODY

Patent number: JP2069644
Publication date: 1990-03-08
Inventor: TANAKA SHUNICHIRO
Applicant: TOSHIBA CORP
Classification:
- international: G01N23/09
- european:
Application number: JP19880220509 19880905
Priority number(s):

Abstract of JP2069644

PURPOSE: To enable the non-destructive inspection of a ceramics body which is heretofore impossible with an X-ray photographic method by irradiating a sintered ceramics body or ceramics molding with thermal neutron rays and detecting the defects thereof or the distribution of the constituting components.

CONSTITUTION: The sintered ceramics body or ceramics molding is irradiated with the thermal neutron rays at the time of making the non-destructive inspection of the sintered ceramics body or the uncalcined ceramics molding contg. an org. binder. The defects of the sintered ceramics body or the ceramics molding are detected or the distribution of the constituting components thereof are detected from the radiographic image or tomographic image by the thermal neutron rays. The ceramic body which does not contain the elements having the large coefft. of thermal neutron ray absorption to the inspection of the internal defects such as cracks and pores is effective as the ceramic body to be inspected in this inspection method. The detection of the distribution and segregation of the elements having the large coefft. of thermal neutron ray absorption is possible with the sintered ceramics body.

Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

⑫ 公開特許公報(A)

平2-69644

⑬ Int. Cl.⁴

G 01 N 23/09

識別記号

庁内整理番号

7807-2G

⑭ 公開 平成2年(1990)3月8日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 セラミックス体の非破壊検査方法

⑯ 特 願 昭63-220509

⑰ 出 願 昭63(1988)9月5日

⑱ 発 明 者 田 中 俊 一 郎 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8 株式会社東芝横浜事業所内

⑲ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

⑳ 代 理 人 弁理士 則近 憲佑 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックス体の非破壊検査方法

2. 特許請求の範囲

(1) セラミックス焼結体、あるいは有機系結合剤を含有する未焼成のセラミックス成形体の非破壊検査を行うにあたり、

前記セラミックス焼結体またはセラミックス成形体に熱中性子線を照射し、この熱中性子線による透過撮像または断層撮像から前記セラミックス焼結体またはセラミックス成形体の欠陥の検出または構成成分の分布の検出を行うことを特徴とするセラミックス体の非破壊検査方法。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

(産業上の利用分野)

この発明は、たとえばX線撮像法による非破壊検査を行うことが不可能であったセラミックス体の非破壊検査方法に関する。

(従来の技術)

セラミックス焼結体は、一般的に高温領域において高強度、高耐食性などの特徴を有しており、また軽量、高硬度などの種々の特徴も有している。そして、近年のセラミックス焼結体の製造プロセスの進歩に伴い、各種の分野で金属部材などに置換えて利用することが試みられている。

しかし、セラミックス焼結体は金属部材に比べて脆性が高いという欠点を有しており、内部に微小なクラックやポアなどの欠陥が存在していても、これら微小欠陥近傍への応力集中によってセラミックス焼結体本来の強度よりかなり低いレベルで破壊に至ってしまう。このため、セラミックス焼結体を実際に構造部材などとして使用する際には、内部の非破壊検査が不可欠となっている。

このようなセラミックス焼結体の非破壊検査は、一端面より超音波を送り込み、反対側の端部にてこの超音波の受信時の出力の差を測定したり、または反射波の出力時間の差や検出エコーの大きさを測定することによってクラックやポアなどを検出する超音波探傷法や、接合体にX線を当ててX

線の吸収程度の差により欠陥部などを検出するX線透過検査法などにより一般に行われている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、前者の超音波探傷法は単純な形状のものには適用可能であるが、複雑形状のものにおいては入射特性が複雑となって、内部欠陥の検出が困難であるという問題があった。

また、X線透過検査法では、たとえば ZrO_2 、 Cr_2O_3 、 VC 、 VO_2 などの重元素を含むセラミックス焼結体のように、それ自体のX線吸収係数が大きいものに対しては、内部の状態を示す像が得られず、またX線の透過距離が100mmを越すような大形状のセラミックス焼結体に対しても、上記重元素を含むセラミックス焼結体と同様に内部の状態を示す像が得られず、このように使用範囲が限定されているという問題があった。

また、内部欠陥の少ない信頼性の高いセラミックス焼結体を得るためには、その製造工程において有機系のバインダなどを添加して作製した成形体の時点でバインダ成分の分布状態を検査するこ

とが有効な方法であるが、上述したような従来の検査方法では、有機系物質の分布を非破壊で明確に検出することができず、歩留向上などの見地から、これら有機系物質の分布なども検出可能な非破壊検査方法が強く望まれている。

この発明はこのような従来技術の課題に対処するためになされたもので、 ZrO_2 や Cr_2O_3 などの重元素を含有するセラミックス焼結体や有機系物質を含有するセラミックス成形体などの従来X線撮影法では内部状態の検出が不可能であったセラミックス体の非破壊検査方法を容易に行うことを可能にしたセラミックス体の非破壊検査方法を提供することを目的としている。

[発明の構成]

(課題を解決するための手段)

この発明のセラミックス体の非破壊検査方法は、セラミックス焼結体、あるいは有機系結合剤を含有する未焼成のセラミックス成形体の非破壊検査を行うにあたり、前記セラミックス焼結体またはセラミックス成形体に熱中性子線を照射し、

あるもの。

また、上記した熱中性子線吸収係数が大きい元素を含有するセラミックス焼結体に対しては、その熱中性子線吸収係数が大きい元素の分布や偏析を検出が可能である。

さらに、この発明においては、上述したようなセラミックス焼結体に限らず、有機系結合剤を含有するセラミックス成形体に対しても検査を実施することが可能であり、たとえば有機系結合剤の分布や成形体内部の欠陥の検出ができる。

この発明で使用する熱中性子源としては原子炉の他に、 Cf^{252} などのR1線源や20MeV規模のサイクロトロンで Be^9 (P.n) B^9 反応を利用する方法などが用いられる。

また、熱中性子線を利用したセラミックス体内部の画像化方法としては、セラミックス体の一端面に対して垂直方向から熱中性子線を照射し、透過熱中性子線をイメージングコンバータなどによって中性子の一部をγ線などに変換し、これによってX線フィルムを露光させて被検体内部の状態

この熱中性子線による透過撮影像または断層撮影像から前記セラミックス焼結体またはセラミックス成形体の欠陥の検出または構成成分の分布の検出を行うことを特徴としている。

この発明において検査対象となるセラミックス体としては、以下に示す通りである。

まずクラックやポアなどの内部欠陥の検査に対しては、第1図のグラフに示す熱中性子線吸収係数が大きい元素、すなわち中性子ラジオグラフィー法によって求められた熱中性子吸収係数が約3以上である元素を含有しないものであれば、各種セラミックス焼結体について検査を実施することが可能であり、特に以下に示すものに対して有効である。

① 原子番号30以上の元素を含むセラミックス焼結体で、たとえば ZrO_2 、 VC 、 VO_2 、 TiO_2 、 VO_3 、 HfO_2 、 Ta_2O_5 、 BaO 、 Y_2O_3 などが例示される。

② 大形状のセラミックス焼結体で、たとえば検査方向の熱中性子線の透過距離が100mm以上で

を画像化したり、熱中性子線の平面内強度をコンピュータ支援により画像処理し、リアルタイムで接合部近傍の状態を画像化する手法などを用いることもできる。また、熱中性子を用いたCT（コンピュータトモグラフィ）法などを利用することも可能である。

このようにして、目的とするセラミックス体内部の画像化を行い、得られた画像をもとにセラミックス体内部の状態の判定、たとえばクラックやポアなどの内部欠陥を検出し、あるいはセラミックス体中に構成成分として含まれている熱中性子吸収係数の大きい元素の分布を検出し、セラミックス体の非破壊検査を行う。

（作用）

熱中性子線の吸収係数は原子番号などによる規則的な変化がなく、個々の元素固有のものであり、第1図に示すように特定の元素において大きな吸収係数を示す。そして、クラックやポアなどの空洞型の内部欠陥に対して熱中性子は敏感に反応するため、たとえば従来X線撮影では内部の画

いることが確認できた。

また、この窒化ケイ素焼結体に対してX線撮影による内部状態の検出も試みてみたが、ポアの存在を示す画像は得られなかった。

なお、これら非破壊検査の後に、この窒化ケイ素焼結体の内部状態を破壊して目視で観察することによって、ポアの存在を確認した。

実施例2

外径50mm×厚さ40mmの酸化ジルコニウム焼結体に対して、実施例1と同様にして熱中性子線による透過撮影を行い、内部の画像化を行ったところ、同様に内部に直径約300μmのポアが多数存在していることを示す画像が得られ、この結果は破壊した後の目視検査の結果と一致した。

実施例3

ZrSiO₄を含有する連続鋳造用ノズルに対して実施例2と同様に内部の画像化を行ったところ、クラックの存在と鉄による浸蝕の存在を示す画像が得られ、この結果は破壊した後の目視検査の結果と一致した。

像化が不可能であったZrO₂のような重元素を含むセラミックス焼結体や検査対象距離が大きいものについても容易に内部欠陥の検出が可能となる。また、有機系物質についてもC-H結合中のH元素の熱中性子吸収係数が大きいため、その分布などを検出することができ、さらにセラミックス焼結体中に上述した熱中性子吸収係数の大きい元素を構成成分として含んでいれば、その分布を検出することもできる。

（実施例）

次に、この発明の実施例について説明する。

実施例1

形状が100mm×100mm×100mmの、焼結助剤成分として酸化イットリウムおよび酸化アルミニウムを含有する窒化ケイ素焼結体に対して、熱中性子線源として20MeVのサイクロトロンを用い、焼結体の一端面に対してほぼ直角方向から熱中性子線を照射し、リアルタイム・オンライン法により焼結体内部の状態を画像化して内部の観察を行ったところ、直径約500μmのポアが多数存在して

実施例4

焼結助剤成分としてホウ素を含有する炭化ケイ素焼結体に対して実施例1と同様にして焼結体内部の状態を画像化して焼結助剤成分であるホウ素の分布を観察したところ、幅約0.4mmの偏析が認められた。この結果は、この炭化ケイ素焼結体の抗折強度の異常低下の結果と一致した。

実施例5

焼結助剤成分を含む酸化アルミニウム粉末に、有機系結合剤および分散媒を添加し、十分に混合したのち、ドクターブレード法によって120mm×60mm×厚さ0.4mmの成形体を作製し、次いで乾燥させて酸化アルミニウムのグリーンシートを作製した。

このグリーンシートに対しても実施例1と同様にして内部の状態を画像化し、結合剤成分である有機物質の分布を観察したところ、均一に存在していることが確認できた。

【発明の効果】

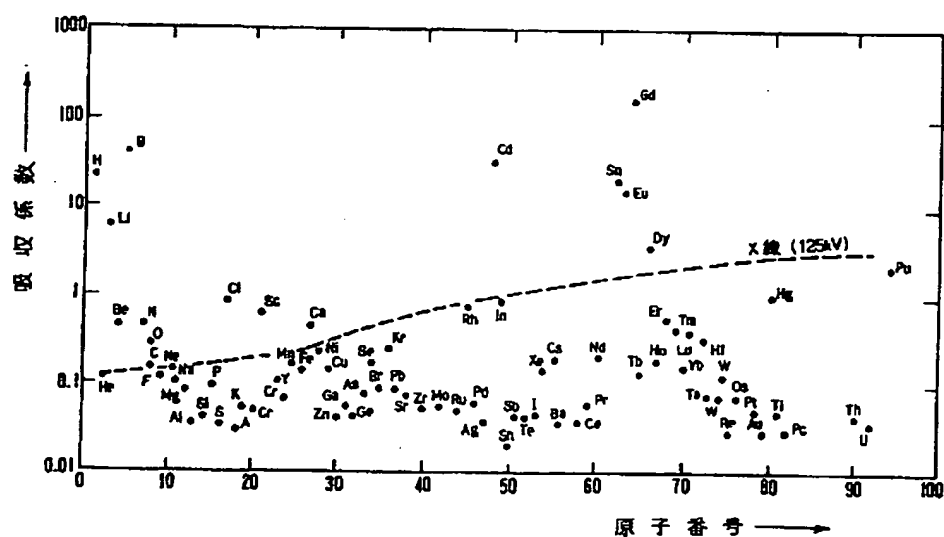
以上説明したようにこの発明のセラミックス体

の非破壊検査方法によれば、従来、X線透過法を適用することができなかった ZrO_2 などの重元素を含有するセラミックス焼結体や大形状のセラミックス焼結体についても、内部の状態を画像化することが可能となり、さらに有機系物質の分布などの画像化も可能であり、各種セラミックス体の信頼性確認や歩留の向上に大きく貢献することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は各元素の熱中性子吸収係数をグラフで示す図である。

代理人 弁理士 則 近 藤 佑
同 湯 山 幸 夫



第1図